19日本国特許庁(JP)

⑩特許出願公開

⑩公開特許公報 (A)

昭54-86521

⑤Int. Cl.²C 09 B 25/00

識別記号 **②日本分類** 23 A 0

庁内整理番号 43公開 E 6859—4H

❸公開 昭和54年(1979)7月10日

発明の数 3審査請求 未請求

(全11頁)

匈メチン染料

同

②特 願 昭53-150129

②出 願 昭53(1978)12月6日

優先権主張 ②1977年12月7日③西ドイツ (DE)③P2754403.2

⑦発 明 者 ハンスーユルゲン・デーゲン ドイツ連邦共和国6143ロルシュ ・シラーシュトラーセ6

> フランツ・フアイヒトマイル ドイツ連邦共和国6700ルードゥ イツヒスハーフエン・ムンデン

ハイマー・シュトラーセ158

⑦発 明 者 クラウス・グリヒトール ドイツ連邦共和国6702パート・ デユルクハイム1ゼーバツヘル

・シユトラーセ96アー

⑦出 願 人 バスフ・アクチェンゲゼルシヤ フト

> ドイツ連邦共和国6700ルードウイツヒスハーフエン・カール -ポツシユ - ストラーセ38

四代 理 人 弁理士 小林正雄

明 細 書

発明の名称

メチン染料

特許請求の範囲

1. 一般式

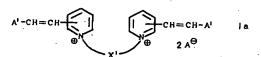
$$A-CH=CH$$

$$\bigoplus_{\Theta} N$$

$$X$$

$$2 A \Theta$$

(式中 A は同一でも異なつてもよく、それぞれ アリール基又はヘテロアリール基、A^Θはアニオ ン、R は水素原子、メチル基又はエチル基、そし な な て X は核人子を意味し、その際メチン基はα位又 は T_AKC 結合している)で表わされるメチン染料。 2. 一般式

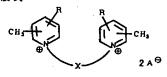


(式中 A は塩素原子、メトキン基、エトキン基、メチル基もしくはエチル基により置換されていてもよい N N ーン置換アミノフエニル基、イン

ドリル蓋又はカルパソイル基、そして刈は次式

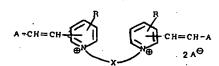
の残基を意味し、とこに n は 2 ~ 1 0 の数を意 味 し、A^Gは前記の意味を有する)で表わされる 特許請求の範囲か 1 項に記載の染料。

3. -- 40° ==



で表わされる化合物を、一般式 A-CHO

(これらの式中の各記号は後記の意味を有する) で表わされるアルデヒド又はその誘導体と縮合 させることを特徴とする、一般式

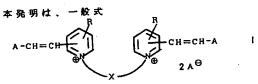


MEST AVAILABLE COF

(式中 A は同一でも異なつてもよく、それぞれ アリール基又はヘテロアリール基、A^Θはアニオ ン、R は水素原子、メチル基又はエチル基、そ して×は機状員子を意味し、その際メチン基は α位又は「位に結合している)で表わされるメ チン染料の製法。

4. 特許請求の範囲か1項に記載の化合物を紙又 はアニオン性に変性された機能の染色に使用す る方法。

発明の詳細な説明



(式中 A は同一でも異なつてもよく、それぞれ アリール基又はヘテロアリール基、A^Oはアニオ ン、R は水素原子、メチル基又はエチル基、そ して×は橋状負子を意味し、その際メチン基は α位又はγ位に結合している)で表わされる化 合物に関する。

残基 A は、例えば下記のものである。場合に より弗累原子、塩素原子、臭素原子、シアン基、 ニトロ苺、水酸基、アルコキシカルポニル苺、 場合によりNI置換されたカルバモイル基、ア ルキル基、アルコキシ基、アミノ基もしくは置 換プミノ基により置換されたフェニル基、場合 によりアルキル基、アルコキシ基、水酸基、カ ルポキシル基もしくは置換アミノ基により置換 されたナフチル基、スチリル基、フリル基、チ エニル基、ピリジル基、インドリル基、ペンゾ フリル基、ペンゾチエニル甚、ピラゾリル基、 オキサソリル基、チアゾリル基、トリアゾリル 基、オキサジアゾリル基、チアジアゾリル基、 ペンソイミダゾリル基、インダゾリル基、ペン ゾオキサゾリル基、ペンゾチアゾリル基、カル パソリル恙、フェノチアジニル基又はフェノキ

個々の残甚Aは、例えば下記のものである。 クロルフェニル基、プロムフェニル基、シアン フェニル基、ニトロフエニル基、メトキシカル

ポニルフエニル基、エトキシカルポニルフエニ ル基、ヒドロキシルフエニル基、アミノカルポ ニルフエニル基、ジメチルアミノカルポニルフ エニル基、ジエチルアミノカルポニルフエニル 益、メチルフエニル基、エチルフエニル基、シ クロヘキシルフエニル基、フエニルフエニル基、 メトキシフエニル基、エトキンフエニル基、プ トキシフエニル基、フエノキシフエニル基、ア ミノフエニル基、メチルアミノフエニル基、エ チルアミノフエニル甚、ペンジルアミノフエニ ル基、プチルアミノフエニル基、フエニルアミ ノフエニル基、シアンエチルアミノフエニル基、 ジメチルアミノフエニル基、ジメチルアミノク ロルフエニル基、ジメチルアミノメチルフエニ ル基、ジメチルアミノメトキシフエニル基、ジ メチルアミノニトロフエニル甚、ジメチルアミ ノカルポメトキシフエニル甚、ジエチルアミノ フエニル基、エトキンジエチルアミノフエニル 甚、ジプロピルアミノフエニル基。ジーローブ チルアミノフエニル基、ジベンジルアミノフエ ニル基、ジーターシアンエチルアミノフエニル

盐、ジーβーメトキシエチルアミノフエニル基、 N -メチル-N-エチルアミノフエニル恙、 N ープチルー N ーメチルアミノフエニル基、 N ー メヂルーN ーペンジルアミノフエニル基、 N ー エチルーNーメトキシベンジルアミノフエニル 差 、 N ーンクロヘキンルー N ーペンジルアミノ フェニル基、 N -β-シアンエチル-N-ペン ジルフミノフエニル基、 N − B − エトキシエチ ルーN ーペンジルナミノフエニル基、 N ー A ー メトキシカルポニルエチルーN ーペンジルアミ ノフェニル基、ジベンジルアミノクロルフエニ ル茜、ジベンジルアミノメトキシフエニル基、 ジベンジルアミノメチルフエニル基、 N ーメチ ルーNーβーシナンエチルアミノフエニル盖、 N -エチルーN - # -シアシエチルアミノフエ ニル基、NープロピルーNーβーシアンエチル ナミノフエニル基、 N ープチルー N ーβーシア ンエチルアミノフエニル基、 N ーメチルー N ー βーメトキシカルポニルエチルアミノフエニル 基、 N ーメチルー N ーβーエトキシカルポニル エチルアミノフエニル基、 N ーメチルー N ー β

特開昭54- 86521(3)

ーカルパモイルエチルアミノフエニル基、N-メチルーΝ — β — ジメチルカルバモイルエチル アミノフエニル基、 N ーエチルー N ーβーメト キシカルポニルエチルナミノスエニル基、N-エチルーΝ ーβーエトキシカルボニルエチルア ミノフエニル基、NーエチルーNーβーカルバ モイルエチルアミノフエニル基、ピペリジメフ エニル基、ピロリジノフエニル基、モルホリノ フエニル基、チアモルホリノフエニル基、ピペ ラジノフエニル基、Nーメチルピペラジノフェ ニル基、Nーペンジルピペラジノフエニル基、 N-メチルーN-フエニルアミノフエニル基、 N -シアンエチルーN -フェニルアミノフェニ ル基、ジフエニルアミノフエニル基、Nーメチ ルーN-4-エトキシフエニルアミノフエニル 益、NーメチルーNー4ーメトキシフエニルア フエニルアミノフエニル基、N-メチルーN-2 - メチルフエニルアミノフエニル基、 N - メ チルーN -シアンメチルアミノフエニル基、 N - エチルーNーシアンメチルアミノフエニル基、

N ーペンジルーN ーβーシアンエチルー又は ー Nーシアンメチルアミノフエニル基、Nーメチ ルーN - β - アセトキシエチルアミノフエニル 基、N-エチルーN-8-アセトキシエチルア ミノフェニル基、 N ーペンジルー N ーβープロ ポキシエチルアミノフエニル基、 N ーエチルー N ー β ー オ キ シエチ ル ア ミ ノ フ エ ニ ル 基 、 N ー メチルーΝーβーオキシエチルアミノフエニル 基、ジメチルアミノヒドロキシフエニル基、ジ エチルアミノヒドロキシフエニル基、ジペンジ ルアミソヒドロキシフエニル基、ジメチルアミ ノアセチルアミノフエニル基、ジエチルアミノ アセチルアミノフエニル基、N-エチルーNβージメチルアミノエチルアミノフエニル基、 N-J \mathcal{F} $\mathcal{N}-\mathcal{N}-\mathcal{P}-\mathcal{V}$ \mathcal{J} \mathcal{F} \mathcal{N} \mathcal{T} \mathcal{F} \mathcal{J} \mathcal{T} \mathcal{F} \mathcal{N} ミノフエニル基、NーペンジルーNーβージメ チルアミノエチルアミノフエニル基、N-β-シアンエチルーΝ ーβージメチルアミノエチル ルエチルーΝ ーβ ージメチルアミノエチルアミ ノフエニル基、 N -β-オキシエチル-N -β

ージメチルアミノエチルアミノフエニル基、N ーβーメトキシエチルーN -β-ジメチルアミ ノエチルアミノフエニル基、N-エチルーNβージエチルアミノエチルアミノフェニル基、 Ν-ユチルーΝ-β-ジベンジルアミノエチル アミノフエニル基、N-エチルーN-β-ピペ リジノエチルアミノフエニル基、Nーペンジル - N - β - モルホリノエチルアミノフエニル基、 Ν-エチルーΝ-β-トリメチルアンモニウム エチルアミノフエニルクロリド基、N一メチル ー'N ーβートリメチルアンモニウムエチルアミ ノフエニルクロリド基、ΝーメチルーΝーβー ジエチルペンジルアンモニウムエチ ルアミノフ エニルクロリド基、N-ペンジル-N-β-ジ メチルペンジルアンモニウムエチルアミノフェ ニルクロリド基、NーエチルーNーβーピリジ ブミノフェニル/ ニウムエチルテンモーウェクロリド基、ジメチ ルアミノナフチル基、ジエチルアミノナフチル ルアミノナフチル甚、エトキシフエニルメチル ソミノナフチル芸、ヒドロキシナフチル基、ヒ

相_A展子×としては、脂肪族残塞ならびに芳香 体験 族残基及び異種原子を含有する残塞が用いられ、 例えば場合により酸素原子、恙・NH・もしくは硫 炭原子により中断されたアルキレン恙、場合に より假換されたフェニレン恙、ジフェニレン恙 もしくはナフチレン・基又は場合により異種原子 を含有する飽和のシクロアルキレン・基があげられる。 ※のためには個々には例えば下配のものがあ げられる。

CH₂ - C

 $-CH_{2}$

$$-CH_{2} \underbrace{\hspace{1cm}}^{C1} CH_{2} - \ldots - CH_{2} \underbrace{\hspace{1cm}}^{C} CH_{2} - \ldots$$

特開昭54- 86521(5)

式1の化合物を製造するためには、一般式

で表わされる化合物を、一般式

A-CHO

(これらの式中の各配号は前記の意味を有する) で扱わされるアルデヒド又はその誘導体、例え ばインモニウム塩と縮合させることができる。

式』の化合物は、例えば一般式

(式中Rは前記の意味を有する)で表わされる 化合物を、一般式

X(Hal), 又は X(OTos),

(式中×は前記の意味を有し、 Ha1 は塩素原子 又は臭素原子、そして Tos はトリルスルホニル 甚を意味する)で表わされる化合物と反応させ ることにより得られる。

反応の詳細は実施例に記載される。

式」の化合物は、紙又はアニオン性に変性された繊維の染色のために特に適している。紙には、普通の堅牢性を有する黄色ないし帯育赤色の染色が得られる。新規を、重化された染料は、木質含有紙料及びさらし紙料への高い親和性に

より使れており、すなわち染料の大部分は紙に 染着する。従つて新規化合物はその使用におい て特に環境親和性でかつ経済的である。

特に重要な化合物は、一般式

$$A^{l}$$
-CH=CH- A^{l} la A^{Θ}

(式中 A は場合により塩素原子、メトキシ基、エトキシ基、ノチル基もしくはエチル基により置換された N N ージ置換でミノフェニル基、インドリル基又はカルバゾリル基、そして X は次式

の残塞を意味し、ことに n は 2 ~ 1 0 の数を意味し、A ^台は前記の意味を有する)で扱わされる ものである。

好ましいアミノフェニル基は、例えば次式の 残基である。

$$N(C_{4}H_{5})_{2} \cdot N(C_{4}H_{5})_{2} \cdot N(C_{4}H_{6})_{2} \cdot N(C_$$

nは好ましくはる~6の数であり、キシリレ ン基の場合にはp-化合物が重要である。 下記実施例中の部及び%は特に指示しない限 り重量に関する。

実施例 1

$$(CH_3)_2N$$
 $CH = CH$ H_2 CH_3 CH_4 CH_5 CH_5 CH_5 CH_6 CH_7 CH_8 CH_8 CH_8 CH_8 CH_8 CH_8 CH_8 CH_8 CH_8 CH_8

及び次式

の化合物9部を、30%酢酸30部中で3時間 遺流下に加熱する。冷却したのち吸引が過し、 乾燥すると、水溶性の良好な赤色の染料粉末が 得られる。との染料は木質含有紙料及びさらし 亜硫酸セルロースを赤色色調に染色する。廃水 はわずかに着色しているにすぎない。

使用したメチレン活性化合物は、次のように して製造される。pーキシリレン人クロリド87 Point 5 部及び r ーピコリン93部をエチレングリコ ールモノメチルエーテル500部中で徐々に加

熱 して還旋 させる。130℃で5分間煮沸した のち、四級塩の結晶化が始まる。 1 5 分間攪拌 したのち冷却し、アセトン18で希釈する。統 いて吸引沪過すると、水に易溶性の無色の生成 物150部が得られる。塩素分析:計算値19 6%、実測値 1 8.6%。

実施例2

$$CH_{3} \longrightarrow CH = CH \longrightarrow CH_{2}$$

$$CH_{2}C \longrightarrow CH = CH \longrightarrow N - CH_{2}$$

$$CH_{3} \longrightarrow CH = CH \longrightarrow N - CH_{2}$$

N - メチルー N - シアンメチルー p - アミノ ペンメアルデヒド162部及び実施例1からの 四級塩9部を、エタノールに加熱しながら溶解 する。ピペリジン 0.5 部を加え、1 時間遺流加 然し、次いでアセトンで希釈し、析出した沈殿 を吸引沪過する。との染料は木質含有紙料及び さらし紙料を橙色色調に染色し、廃水はほとん ど無色である。

同様の操作により、次表に示すアルデヒドと 反応させると、対応する染料が得られる。

| アルデヒド | 色調 |
|------------------------|------------|
| Сно Сно | 带赤贵 |
| CHO H | <i>"</i> |
| (C, H,), N -CHO | 赤 |
| N CHO | 推 褐 |
| CH _a | 赤 |
| CH ₂ -N CHO | 投稿 |

家施例 3

$$\begin{array}{c} \text{H}_{\text{S}} \mathcal{C}_{\text{g}} \\ \text{C}_{\text{g}} \text{H}_{\text{g}} \text{C} \text{H}_{\text{g}} \end{array} \\ \begin{array}{c} \text{C} \text{H} = \text{C} \text{H} \\ \text{C} \text{H}_{\text{g}} \end{array} \\ \begin{array}{c} \text{C} \text{H} = \text{C} \text{H} \\ \text{C} \text{H}_{\text{g}} \end{array} \\ \begin{array}{c} \text{C} \text{H}_{\text{g}} \\ \text{C} \end{array} \\ \begin{array}{c} \text{C} \text{H}_{\text{g}} \\ \text{C} \end{array} \\ \begin{array}{c} \text{C} \text{H}_{\text{g}} \\ \text{C} \text{H}_{\text{g}} \end{array} \\ \begin{array}{$$

次式

の 化合物 9 部及び N ーエチルー N ーペンジルー p ー アミノペンズ アルデヒド12部を、エチレ

ングリコールモノメチルエーテル 2 1 部中でピペリシン 0.5 部を添加して 2 時間煮沸し、液状染料を戸別する。 この染料は紙を橙色色調に染色する。使用した四級塩は、実施例 1 と同様にして p ーキンリレンクロリド及び α ーピコリンから製造される。

次表に示すアルデヒドを用いて反応させ、そ して縮合生成物を用いて紙を染色すると、表中 に示す色鯛が得られる。

| アルデヒド | 色調 | (сн₃)₃м-⟨>сно |
|---|----|--|
| (CH ₃) ₂ N - CHO | 橙褐 | (C ³ H ³)⁵N € CHO |
| (H,C,)N CHO | 褐 | C Ho |
| (.сн.) NH' с Н°С 5 N С РСНО | 橙 | |
| H ₅ C ₂ (CH ₃) ₂ M _{H₆C₂ CH₂C₆H₅} | 'n | |

特別昭54- 86521億

実施例 4

$$CH_{3}$$

$$NCH_{2}C$$

$$CH_{3}$$

$$NCH_{2}C$$

$$NCH_{2}C$$

$$CH = CH$$

$$M - CH_{2}$$

$$M - CH_{2}$$

$$CH = CH$$

$$CH_{3}$$

$$CH = CH$$

$$CH_{2}$$

$$CH_{3}$$

$$CH = CH$$

$$CH_{3}$$

$$CH_{2}$$

$$CH_{3}$$

$$CH = CH$$

$$CH_{3}$$

次式

の四級塩 9 部及び N ー メチルー N ー シアンメチルー p ー アミノベンズアルデヒド 1 6.0.5 mmを を 派 タノールに 容解し、 そして ピペリンン 都 を 系 加 したのち 2 時間 煮沸する。 アセトン で 希釈 し、吸引 が 過して 乾燥 したのち、 融 点 1 1 0 ~ 1 1 2 で (分解)の 染料 2 5 部が得られる。 との 染料は 木 質含有紙料及び さらし亜硫酸 セルロース を 松 色に 染色する。 廃水はわずかに 着色しているに すぎない。

する。冷却したのち析出した沈殿を吸引严過し、 メタノールで洗浄して乾燥すると、染料20部 が得られる。この染料は紙を橙色に染色する。

四級塩は次のようにして製造される。 αーピコリン 3 7 部及び 1.4 ージブロムブタン 4 3 部をエチレングリコールモノメチルエーテル 1 0 0 部中で 5 時間遺流加熱する。 冷却したのちアセトンで希釈 し、吸引デ過すると、 融点 2 5 4 ~ 2 5 6 ℃の水溶性物質 6 4 部が得られる。

次表に、他のアルデヒドを用いた場合に得られる染料の色鯛を示す。

| アルデヒド | 色調 |
|--|----|
| (C ₂ H ₅) ₂ N CHO | 橙 |
| с но | 黄 |
| C ₂ H ₃ | |

メチレン活性成分は、等モル量の o ーキンリレンパクロリド及び α ーピコリンをメチレングリコール中で反応させることにより得られる。融点 2 4 5 ℃ (分解)、収率 7 0 %、塩素分析: 計算値 1 9 6 %、実測値 1 9 %。

実施例 1 又は実施例 3 からのアルデヒドを用いると、同様の性質を有する紙用染料が得られる。

実施例 5

ロージメチルアミノベンズアルデヒト 1 5 部 及び次式

の四級塩2 0. 1 部を、エチルグリコール 5 0 部中でピペリジン触媒の存在下に 1 時間還流加熱

下記の四級塩を用いる場合にも、同様の使用技術上の性質を有する染料が得られる。

及び

実施例 6

$$(CH_3)_2 N$$
 $CH = CH$
 $CH = CH$
 $CH_2 N$
 $CH = CH$
 $CH_3 N$
 $CH = CH$
 $CH_3 N$

次式

のメチレン活性化合物 2 0 部及び p ージメチル アミノベンズアルデヒド 1 5 部を、ピペリジン を添加してエチレングリコール 5 0 部中で 5 分 間遠流加熱する。冷却したのち吸引严過すると、 融点 2 9 7 ~ 2 9 9 ℃の染料 2 0 部が得られる。 この染料は、紙を良好な廃水値で赤色色調に実 質染色する。

$$\begin{array}{c} CH_3 \\ \bigoplus \\ CH_2 - N - C_2H_4 - N \\ CH_3 \\ CH_3 \\ C_2H_5 \\ \end{array} \begin{array}{c} CHO \\ \text{C} \\ CH_3 \\ \end{array}$$

$$\begin{array}{c} CHO \\ \text{C} \\ CH_3 \\ \end{array}$$

ァーピコリンの四級化のために下配の化合物 を用いる場合にも、同様の性質を有する染料が 得られる。

$$CH_3 - CH_3 - O - (CH_2)_6 - O - SO_2 - CH_3$$
.

次表に示すアルデヒドを用いると、類似の染 料が得られる。

| アルデヒド | 色調 |
|--|----------|
| (C₂H₅)₂N-√_>CHO | 赤 |
| H ₅ C ₂ N-CHO | 赤樞 |
| СНО | # |
| C HO | 带赤黄 |
| (н ₅ с ₅) ₅ N | 帯育赤 |
| $(CH_3)_{3}^{\oplus}N-C_{2}H_4-N$ CHO $C_{2}H_{3}$ | 橙 |

実施例7

$$(CH_{3})_{2}N-C_{2}H_{4}-N \xrightarrow{C}CH=CH \xrightarrow{N}CH_{2}$$

$$C_{2}H_{5} \xrightarrow{C}CH=CH \xrightarrow{N}CH_{2}$$

$$(CH_{3})_{2}N-C_{2}H_{4}-N \xrightarrow{C}CH=CH \xrightarrow{N}CH_{2}$$

次 式

$$\varepsilon_{H_3} \underbrace{\hspace{-0.2cm} \begin{array}{c} H \\ N - CH_3 - C \\ -$$

の化合物 7.8 部及び N ーエチルー N ー β ー ジ メ チルアミノエチルー p ー アミノベンズアルデヒ ド 1 1 部を、エタノール 5 0 部中でピペリジン 1 部を添加して 3 時間遺流加熱し、液状染料を 分別する。との染料は紙を赤色に染色する。 申 # # # # 8

$$(C_{s}H_{s})_{s}N \xrightarrow{OCH_{s}} CH = CH \xrightarrow{OCH_{s}} N (C_{s}H_{s})_{s}$$

$$CH_{s} - CH_{s}$$

$$CH_{s} - CH_{s}$$

$$CH_{s} - CH_{s}$$

$$CH_{s} - CH_{s}$$

2 ーメトキンー4 ージエチルアミノベンズアルデヒド20.7部、次式

の四級塩18.7部及びェチルグリコール40部を、ピペリシン2部の存在下に短時間浸流加熱する。冷却し、そしてアセトンと共に摩砕するとにより染料を精製すると、融点295℃(分解)の染料14部が得られる。紙上の染色は帯骨赤色である。

次表に示すてルデヒドを用いると、類似の染 料が得られる。

| アルデヒド | 色調 |
|------------|-----|
| CHO CHO | 贵 |
| CHO CHO | 帶赤黄 |

奥施例9

$$(CH_3)_2N - \left(\begin{array}{c} CH = CH \\ \end{array} \right) - CH = CH$$

$$\begin{array}{c} CH_2CH_2 - N \\ \oplus \end{array} \begin{array}{c} CH = CH \\ \end{array}$$

$$\begin{array}{c} CH = CH \\ \end{array}$$

$$\begin{array}{c} OH = CH \\ \end{array}$$

p ージメチルアミノベンズアルデヒド 1 5 部 及び次式

$$CH_3 \xrightarrow{\stackrel{\bigoplus}{N}} C_2H_4 \xrightarrow{\Theta} CH_3 \qquad 2 B r^{\Theta}$$

の化合物 1 8.7 部を、エチレングリコール 4 0 部中でピペリジン 2 部と共に 1 時間煮沸する。

吸引炉過し、アルコールで洗浄して乾燥すると、 染料 1 5 部が得られる。紙上の色調は帯青赤色 である。

同様にして次表に示すアルデヒトも用いられる。

| アルデヒド | 色調 |
|---------------------------------------|-------------|
| (с₁н₃⁄ұн-∕_У-сно | 带青赤 |
| C6H2-H2C N CHO | 赤 |
| (CH ²) ² N CHO | 福 |
| СНО | 养赤 黄 |
| C ₂ H ₅ | 橙 |

$$(C_{2}H_{6})_{2}N - CH = CH - N - CH_{2}$$

$$(C_{2}H_{6})_{2}N - CH = CH - N - CH_{2}$$

$$CH_{3} - CH_{2} - CH_{2} - CH_{2}$$

$$CH_{4} - CH_{2} - CH_{2} - CH_{3}$$

の四級塩11部及び p ー ジメチルアミノベンズアルデヒド 9 部を エタノール 5 0 部中で、ビベリジン 1 部を添加したのち 3 時間還施加熱する。アセトン 5 0 0 部中に注入し、吸引 P 過すると、

を点2 3 0 ~ 2 3 2 での染料 1 3 部が得られる。

との染料は木質含有亜硫酸パルブ及びさらし亜 硫酸パルブを赤色に染色し、両方の材料に定量 的に染着する。

使用した四級塩は次のようにして製造される。
4.4'ーピスクロルメチルピフェニル126部及
びァーピコリン98部を、エチレングリコール
モノメチルエーテル200部中で徐々に80~
90℃に加熱する。その際温度は迅速に上昇す
るので、熱を除去せねばならない。発起し、発动してで、大きに2時間遺流加熱し、冷却してでで、たかすると、融点306~30七十十分数126年間(6部が得られる。

同様化して次表に示すアルデヒドと反応させ ると、類似の染料が得られる。

| アルデヒド | 特開昭54— 86521 (12) 色 調 |
|------------------------|--------------------------|
| (сн₃)₂м-⟨_>сно | <i>क</i> |
| ИССН ² ИСНО | 黄褐 |
| CHO CHO | 數 |
| C HO | 黄褐 |

実施例2からのアルデヒァと下記の四級塩とからも、同様に良好な直接染料が得られる。

This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

| Defects in the images include but are not limited to the items checked: |
|---|
| ☐ BLACK BORDERS |
| ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES |
| ☐ FADED TEXT OR DRAWING |
| ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING |
| ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES |
| ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS |
| ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS |
| ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT |
| ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY |
| . Потигр. |

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.